

1. Objetivo

Estabelecer o procedimento para o manuseio de itens de ensaio (amostras e frascos).

2. Responsabilidade

O Gerente Técnico e os Responsáveis Técnico são responsáveis pelo setor de Recebimento e dos demais laboratórios, no qual ocorrem a maioria das atividades descritas nesse procedimento.

3. Desenvolvimento

No PA-001 estão descritas as instruções para descarte de sobras de amostras, frascos de amostras descartáveis e inutilizados, além de todos os resíduos gerados nas atividades desenvolvidas na EcoCerta.

No PA-002 constam informações complementares que auxiliam na execução deste procedimento.

3.1 Amostras ambientais

As instruções descritas nesse procedimento estão baseadas na ABNT NBR 9898:1987 (Preservação e técnicas de amostragem de afluentes líquidos e corpos receptores – Procedimento), no SMWW 23ª edição, no Guia nacional de coleta e preservação de amostras (ANA).

No caso de amostras ambientais, o tipo de frasco e a preservação a ser utilizada depende dos ensaios (parâmetros), bem como a validade da amostra e a quantidade mínima para a execução estão apresentados no FR063 e nos respectivos Planos de Amostragem.

O preparo dos preservantes está descrito no PA-044. O preparo das soluções de limpeza devem ser registrados no FR021, conforme segue:

- a) **Solução de desengordurante:** adicionar 200 mL de Simocar Líquido ou similar (detergente alcalino) em 20 L de água da torneira;
- b) **Solução de HNO₃ 1:1 V/V:** para 5 L de solução, adicionar 2500 mL de ácido nítrico em 2500 mL de água de osmose;
- c) **Solução de HNO₃ 10% V/V:** para 30 L de solução, adicionar 3 L de HNO₃ em 27 L de água de osmose. Para 5 L de solução, adicionar 500 mL de ácido nítrico em 4,5 L de água de osmose;
- d) **Solução de detergente 0,1% V/V:** colocar 1 mL de detergente e completar o frasco de 1 L com água da torneira;
- e) **Solução de detergente alcalino:** utilizada para a lavagem interna dos frascos. A diluição é preparada conforme proposta pelo fabricante, geralmente 1 parte de detergente para 10 partes de água da torneira;
- f) **Solução de álcool etílico 70%:** para 1 L de solução, medir com proveta 730 mL de álcool etílico 96% e completar com água de osmose.

Caso sejam preparados volumes diferentes, seguir a mesma proporção.

3.1.1 Lavagem de frascos para amostras ambientais

3.1.1.1 Lavagem geral:

- a) Inicialmente deve-se retirar todas as etiquetas para posterior lavagem, com exceção das fitas identificadoras (TPH, vermelha, amarela, verde, azul, rosa, branca,...);

- b) Lavar internamente os frascos e as tampas com água e detergente, utilizando escovetes;
- c) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- d) Enxaguar os frascos e as tampas, no mínimo, 5 vezes com água de osmose.

Nota 1: Nos frascos de TPH, de solos destinados para análises de orgânicos, de viais de 40 mL e de óleos e graxas, antes da lavagem geral, passar, no mínimo 3 vezes, acetona comercial para eliminação dos contaminantes orgânicos e/ou gorduras.

Nota 2: Caso necessário, usar a lavagem na máquina com água quente para os frascos de TPH, os de solos e os de óleos e graxas, a fim de eliminar os contaminantes orgânicos e facilitar a eliminação das gorduras. Quando necessário, os demais frascos também podem ser colocados na máquina para facilitar a retirada das etiquetas ou colocá-los imersos em acetona.

Nota 3: Caso permaneçam sujidades, os demais frascos podem ser colocados no banho de desengordurante por 24 h, quando aplicável.

Nota 4: Os frascos e tampas de fósforo (item 3.1.5) não podem ir em banho de desengordurante. Caso contenham excesso de gordura, são enxaguados internamente com Solução de desengordurante com KOH (ver preparo no PA-002). Após, enxaguar com água da torneira até eliminação total dessa solução.

Nota 5: Os viais (para BTEX e VOC) de 40 mL podem ser secos em temperatura ambiente ou em estufa a aproximadamente 105°C. As tampas de viais devem ser secas somente em temperatura ambiente.

Nota 6: Os frascos para amostras de águas para consumo humano (oriundas de torneiras, caixas d'água, bebedouros,...) estão identificados com tampas, fita ou tarja vermelha, exceto os frascos descartáveis para os ensaios de ânions (Cromatografia iônica) que usam tampas azuis. Esses não necessitam passar pelo banho de desengordurante, sendo armazenados em prateleiras separadas, bem como todo o processo de lavagem.

3.1.1.2 Banho de desengordurante:

- a) Os frascos (quando necessário) e as tampas são colocadas em banho de solução de desengordurante por cerca de 24 h;
- b) Passar escovete dentro dos frascos e no interior das tampas;
- c) Enxaguar os frascos e as tampas com água corrente até a eliminação das sujidades e da espuma;
- d) Enxaguar os frascos e as tampas, no mínimo, 5 vezes com água de osmose;
- e) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água;
- f) Após a secagem, quando aplicável, transferir os devidos preservantes para os frascos e vedá-los corretamente.

3.1.1.3 Frascos para análise de metais - PEAD de 1 L com fita amarela:

- a) Após a lavagem geral (até item 3.1.1 c), frascos e tampas são deixados em banho de solução de ácido nítrico (HNO_3) 10% V/V por cerca de 24 h;
- b) Enxaguar primeiramente os frascos na parte externa com água da torneira;
- c) Enxaguar os frascos internamente e as tampas no mínimo 5 vezes com água de osmose;
- d) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

3.1.1.4 Frasco para os ensaios ecotoxicológicos (bombonas de PE de 5 L e frascos PEAD de 1L):

As bombonas, frascos (parte interna) e as tampas são lavadas, conforme segue:

- a) Seguir o item 3.1.1 até c);
- b) Deixar em molho de detergente 0,1% V/V no mínimo por 2 h;
- c) Enxaguar com água da torneira até eliminar a espuma;
- d) Enxaguar com acetona comercial no mínimo 3 vezes;
- e) Enxaguar com água da torneira no mínimo 3 vezes;
- f) Enxaguar no mínimo 3 vezes com solução de ácido nítrico (HNO_3) ou clorídrico (HCl) 10% V/V;
- g) Enxaguar com água da torneira no mínimo 3 vezes;
- h) Enxaguar com água de osmose no mínimo 3 vezes;
- i) Secar em temperatura ambiente, deixando-os invertidos para escoar a água.

3.1.1.5 Frascos para os ensaios de fósforo (vidro âmbar de 200 mL):

Esses frascos são lavados, conforme segue:

- a) Passar água de torneira no frasco e na tampa para eliminar os resíduos da amostra;
- b) Imergir os frascos e suas tampas em solução de ácido clorídrico 10% (HCl), mantendo-os assim por cerca de 24 h;
- c) Retirá-los da solução, escoando-os bem;
- d) Enxaguar o frasco (parte interna) e a tampa no mínimo 3 vezes com água de osmose;
- e) Secar em temperatura ambiente, deixando os frascos e as tampas invertidas para escoar a água.

3.1.2 Preservação:

Após todas as etapas de lavagem interna, quando necessário, limpar os frascos externamente com pano e acetona ou outra forma para eliminar resíduos (cola) de etiquetas.

Quando aplicável, colocar as etiquetas com a informação dos preservantes contidos nos frascos e preservar os frascos, conforme Tabela 1:

Tabela 1 - Quantidade de preservantes adicionados aos frascos de coleta.

Parâmetros	Tipo de frasco	Preservante	Quantidade (mL)
Cianeto	PE ou PEAD 1L	NaOH 6 M	3,0
Fósforo (tampa preta)	Vidro âmbar 200 mL	H ₂ SO ₄ concentrado	0,5
Sulfeto (tarja branca)	Vidro âmbar 200 mL	Solução acetato de zinco	0,2
		NaOH 6 M	0,4
Oxigênio dissolvido (Cliente)	Vidro âmbar 1L	Sulfato manganoso	1,0
		Solução alcalina de iodeto de potássio	1,0
DQO, Fenóis, COT, Nitrogênios, Matéria orgânica,...	Vidro âmbar 1L	H ₂ SO ₄ concentrado	2,0
Óleos e graxas	Vidro boca larga 1L	H ₂ SO ₄ concentrado	2,0
Sulfito	Vidro âmbar 200 mL	EDTA	2,0
Metais	PEAD 1 L	HNO ₃ concentrado	2,5
VOCs (BTEX,...)	VIAL de 40 mL	HCl 1:1	0,2 (aproximadamente 3 gotas)
Cromo hexavalente - Cr ⁶⁺	PE 250 mL	Solução tampão (NH ₄) ₂ SO ₄ + NH ₄ OH	1

Fechar os frascos com as suas devidas tampas. Para os viais atentar para que a face do septo de PTFE (camada mais fina) esteja voltada para a parte interna do mesmo.

3.1.3 Montagem de kits de amostragem

- Imprimir os Planos de amostragem disponíveis no módulo Agenda de Coletas;
- Verificar qual a matriz que será amostrada (águas, efluentes, solo,...);
- Separar um branco e os frascos, conforme solicitado no Plano de amostragem. Colocar esse último em saco plástico;
- Se houver mais de um ponto de amostragem agendado no mesmo Orçamento, separar em sacos plásticos com os devidos frascos e com o respectivo Plano de amostragem.

Nota 7: As águas para consumo humano têm caixas de isopor, gelos e brancos separados com identificação diferenciada.

3.2 Amostras de alimentos

As instruções descritas nesse procedimento estão baseadas nas instruções constantes nos guias analíticos para amostras de alimentos, como Manual do Instituto Adolf Lutz e Manual de Métodos Oficiais para Análise de Alimentos de Origem Animal (MAPA).

Para alimentos, frasco e preservação são conforme embalagem e/ou dados fornecidos por cada Cliente.

3.2.1 Especificações para amostras de alimentos

As amostras deverão ser recebidas em embalagens íntegras, secas, sem furos, cortes ou qualquer tipo de violação. Inspeccionar cada amostra, registrando os dados necessários no FR115 ou Plano de Amostragem, assim como outros fatores de identificação. Fotografar as embalagens com as seguintes informações, quando aplicável:

- Identificação da amostra (nome e marca);
- Tabela nutricional;
- Lista de ingredientes;
- Lote, fabricação e validade.

Examinar, cuidadosamente, cada amostra para verificar indicações de anormalidade que se manifestem em seu aspecto físico, formação de gás, cheiro, alteração de cor, condições da embalagem e registrar essas informações no campo Observações do FR115 ou do respectivo Plano de Amostragem.

Ao receber a amostra, o responsável deverá avaliar se a mesma está de acordo com o orçamento aprovado. Quando há amostras para ensaios bromatológicos e microbiológicos deverá ser recebido duas alíquotas idênticas (de mesmo lote, preferencialmente). Outra situação refere-se ao recebimento de uma alíquota apenas, a qual deverá ser encaminhada primeiramente para o setor de Microbiologia, que realizará o fracionamento. Eventualmente, o cliente poderá solicitar somente um ensaio, e a quantidade de amostra será a definida no sistema, não sendo necessário os 250 g (em todos os casos, a quantidade de amostra estará conforme).

Após, deverá fazer o cadastro da amostra no sistema QualiLIMS e imediatamente fixar a identificação (número) na amostra. A descaracterização consiste em retirar, ocultar qualquer informação que possibilite ao analista identificar o cliente, como marca e/ou fabricante, endereço, garantindo desta forma, a imparcialidade dos resultados analíticos.

Para as amostras que forem solicitados ensaios microbiológicos, as mesmas não deverão ser manipuladas no setor de preparo de amostras, mas sim encaminhadas ao Setor de Microbiologia na embalagem recebida. Apenas deverão ser ocultadas/cobertas (descaracterizadas) as informações que possam identificar o cliente.

Para amostras líquidas e pastosas que foram solicitados ensaios bromatológicos: a embalagem deverá ser coberta por fita adesiva do tipo *silver tape* ou equivalente que garanta a impossibilidade de reconhecimento do cliente, identificadas apenas com a numeração interna do laboratório. Ou, quando possível, transferir de forma homogênea (agitar a amostra a fim de homogeneizar completamente antes da transferência) e quantitativa para uma garrafa limpa de primeiro uso de plástico ou similar.

Para as amostras recebidas congeladas, manter em congelador (freezer) e as amostras refrigeradas, manter em refrigerador, até o seu preparo/homogeneização.

A amostra após identificada (cadastrada no QualiLIMS), deverá ser encaminhada ao setor de preparo de amostras, onde será manuseada de acordo com sua característica.

3.2.1.1 Preparo de amostras de alimentos para ensaios bromatológicos

Antes de abrir os enlatados, observe se há estufamento das latas e, depois de abertos, o estado interno das mesmas. Registrar essas informações no campo Observações da amostra no FR115 ou no respectivo Plano de amostragem.

Para as amostras que forem solicitados os ensaios bromatológicos, proceder conforme abaixo:

- amostras sólidas: deverão ser moídas/trituradas com auxílio do liquidificador e do minicutter para redução do tamanho das partículas, facilitando assim, a realização dos ensaios e a homogeneização da amostra. As amostras de carne e produtos cárneos devem ser separadas dos ossos, pele ou couro. No caso de pescado, devem-se retirar os diferentes componentes não comestíveis da amostra (pele e espinhas), utilizando somente o filé. Dependendo do tipo de análise, descascadas (quando for o caso) e utilizadas somente as partes comestíveis. Deverão ser fracionadas após a homogeneização em 2 sacos tipo *Zip Lock* identificados com o número da amostra.

As amostras descaracterizadas, preparadas e identificadas deverão ter uma alíquota encaminhada ao Setor de Alimentos o mais rápido possível para análise e a outra armazenada (conforme orientação do Cliente - embalagem) para futura contra-prova.

3.3 Amostras de Higiene Ocupacional (HO)

Após a aprovação de Ordem de Serviço (OS) de HO, o Comercial encaminha um email com o nº da OS e o contato do Cliente para agendamento da amostragem. Com a definição dessa data, faz-se o agendamento no QualiLIMS (módulo Agenda de Coletas), para posterior impressão dos Planos de Amostragem. Quando aplicável, separar os amostradores para os coletadores, conforme os respectivos Planos de Amostragem.

Para amostras Higiene Ocupacional, os amostradores (preparo e preservações), vazão e volume são definidos para cada ensaio, conforme o método utilizado (NIOSH, OSHA,...), cadastrados no QualiLIMS. Informações sobre o preparo de amostradores de HO estão descritas no PA-067.

3.4 Recebimento, avaliação e identificação de amostras

O recebimento das amostras ocorre de segunda-feira a sexta-feira, das 8 às 12 h e das 13 h às 17 h e 48 min. As amostras, após coleta, são encaminhadas ao setor de Recebimento (amostras ambientais), Recepção Alimentos (amostras de alimentos) e Higiene Ocupacional (amostras de Higiene Ocupacional), onde é feita uma conferência dos dados constantes no Plano de amostragem ou no FR058-Requisição de ensaios/Cadeia de custódia (para amostras ambientais) ou FR115-Requisição de Ensaios em Alimentos, com os dados presentes nos frascos ou embalagens do respectivo Orçamento.

Para amostras ambientais e de alimentos, medir e registrar a temperatura da amostra e do branco, quando aplicável.

No caso de recebimento de amostras ambientais de algumas Consultorias, inicialmente são conferidas as informações dos frascos com o FR058. Após essa conferência, os FR058 retornam para o Setor Comercial para dar continuidade ao processo (conferência dos dados e elaboração do Orçamento. Após a aprovação da Análise Crítica e do Cliente, é feito o agendamento de coleta e a associação do Plano de amostragem). Depois disso, os FR058 retornam para o Recebimento identificadas com o nº do Orçamento para transferência dos dados para o QualiLIMS.

Na etapa seguinte, são inseridos os dados constantes no Plano de amostragem e/ou FR058 ou FR115 no sistema QualiLIMS e as amostras são avaliadas criticamente pelo responsável do recebimento de cada tipo de amostra, ou seja, as mesmas passam por uma avaliação de aceitação, a fim de verificar se as condições (quantidade, preservação, validade, frascos, temperatura no Recebimento, dentre outros itens) da

amostra podem afetar os resultados dos ensaios. Os itens de inspeção dependem do tipo de matriz (ambiental, alimentos e de Higiene Ocupacional).

Ao finalizar a inspeção das amostras é enviado um Recibo da Inspeção da Amostra (FRQ-023), com a previsão da publicação do respectivo Relatório de ensaio. Juntamente é anexado o FR053-Autorização para realização de ensaios, quando amostra Não Conforme. Nesse último caso, o cliente pode optar por substituir a amostra, cancelar ou dar continuidade ao serviço. Para isso deve preencher o formulário FR053, enviado pelo sistema QualiLIMS, respondendo para o e-mail do Recebimento: recebimento1@ecocerta.com, recebimento2@ecocerta.com ou recebimento@ecocerta.com para amostras ambientais, para as demais amostras a resposta deverá ser enviada para o email do responsável pelo recebimento da amostra em questão, conforme cadastrado no QualiLIMS. Essa informação pode ser registrada no campo Observação interna no QualiLIMS ou mantidos arquivados os e-mails recebidos dos clientes. Para evitarmos um maior comprometimento das amostras Não conformes, elas podem ser recebidas e iniciado os processos de análise, antes do retorno cliente.

Após a conferência inicial, as amostras são descaracterizadas, recebendo uma numeração sequencial. O nº da amostra gerado e outros dados do Recebimento são registrados no devido Plano de amostragem e/ou FR058 ou FR115, o qual é escaneado e anexado como documento vinculado no sistema QualiLIMS.

As etiquetas geradas devem ser colocadas nas alíquotas (frascos) ou embalagens ou amostradores, conforme o preservante e/ou tipo de frasco, descaracterizando as informações contidas no frasco ou embalagem, e encaminhadas para os devidos ambientes refrigerados dos setores específicos para cada ensaio, quando aplicável.

No primeiro recebimento de amostra de cliente novo, é enviado automaticamente login e senha para acesso aos Relatórios de ensaio e de amostragem pelo site www.ecocerta.com.

3.5 Armazenamento e manuseio

Nos laboratórios, após recebimento e avaliação, as amostras ambientais e de alimentos refrigerados são armazenadas até o momento da análise, em geladeiras e/ou câmaras frias, com temperaturas controladas (FR012), sendo a faixa ideal de armazenamento ≤ 6 °C. As amostras de alimentos secos deverão ser armazenados em armários fechados para abrigo da umidade e luz.

Os amostradores de HO são armazenados, conforme respectivo Plano de amostragem (ambiente, refrigeração e congelamento) em locais identificados.

As amostras de cada laboratório, conforme os ensaios solicitados, são armazenadas em geladeiras e/ou câmaras frias separadas, dispostas em ordem sequencial do nº das amostras.

Para o caso de análises de ecotoxicidade, geralmente as amostras são estocadas em freezer no próprio Setor. As amostras da Ecotoxicologia podem ser descongeladas naturalmente ou em banho-maria ($T < 30^{\circ}\text{C}$) no momento do uso.

As amostras dos Setores Metais, Cromatografia e Microbiologia são retiradas do ambiente refrigerado (geladeira e/ou câmara fria) e tratadas imediatamente. As amostras da Físico-Química são retiradas do ambiente refrigerado no momento da análise e recolocadas no ambiente refrigerado até o descarte final.

3.5.1 Organização das câmaras frias

Após ter sido feito o recebimento das amostras no sistema QualiLIMS, as mesmas são armazenadas nas câmaras frias na sequência de numeração que foi determinada pelo sistema. As câmaras frias estão identificadas com o primeiro e o último número das amostras guardadas nela, para facilitar a localização das amostras pelo setor Físico-Química (FQ).

Para as câmaras frias utilizadas pela FQ, a colocação é feita após a amostra anterior, no sentido da porta para o fundo da câmara fria, em ordem crescente. A colocação na ordem, em colunas, é da esquerda para a direita até o final da prateleira. Na prateleira seguinte, continua da mesma forma e assim sucessivamente. Nas amostras que contêm frasco sem preservante, este é o primeiro a ser armazenado seguido pelos demais.

As amostras de água para consumo humano, identificadas com marcação vermelha e/ou tampas vermelhas ou azuis (ver Nota 6), são armazenadas na câmara fria de Águas e Alimentos, bem como alimentos e amostradores de HO refrigerados. Nessa câmara fria também são armazenadas as amostras microbiológicas de água para consumo e microbiologia de alimentos.

3.5.2 Descarte e reorganização das câmaras frias

Imprimir a lista de Descarte no Analítico e retirar essas amostras das câmaras frias e dos demais locais. Com a finalização da retirada de amostras das câmaras frias, é feita uma verificação no sistema de amostras com numeração muito antiga para saber se as mesmas já podem ser descartadas. Em caso positivo, as mesmas são encaminhadas para o descarte e lavagem. As amostras restantes são reorganizadas, conforme a ordem determinada no item 3.5.1, ajeitando as amostras restantes para próximo do fim, ou seja, o início é deslocado para próximo do fim, liberando espaço para armazenamento das demais amostras.

4. REFERÊNCIAS

ABNT NBR 9898:1987 - Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores.

Guia nacional de coleta e preservação de amostras - Águas, sedimentos, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Agência Nacional de Águas, Ministério do Meio Ambiente, 2011.

Standard Methods for the examination of water and wastewater, 1060 B, 23rd edition. American Public Health Association, 2017.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v.1.: Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos, 1. ed. digital. São Paulo: IMESP, 2008.